

**PRODUCTION OF COMPOSITE PARTICLES AND COMPOSITE PARTICLES
OBTAINED BY THE SAME**

Publication number: JP5317679

Publication date: 1993-12-03

Inventor: TANNO KOICHI; NAITO MAKIO

Applicant: HOSOKAWA MICRON KK

Classification:

- international: B01J2/00; B01J2/10; B22F1/02; B01J2/00; B01J2/10;
B22F1/02; (IPC1-7): B01J2/00; B01J2/10; B22F1/02

- European:

Application number: JP19920178778 19920525

Priority number(s): JP19920178778 19920525

Report a data error here

Abstract of JP5317679

PURPOSE: To obtain improved composite particles for producing a sintered compact excellent in hardness, wear resistance and bending strength as starting material for powder metallurgy.

CONSTITUTION: Flaky metal powder is added to metal particles having 1-1,000µm particle diameter as cores and fine powder of ceramics and they are stirred and mixed in a stirring vessel while applying high compressive force. Coating layers each consisting of the metal of the flaky powder and the ceramics uniformly dispersed in a fine particle shape are formed on the surfaces of the metal particles and the objective composite particles are obtd.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 J 2/00	B			
2/10	Z			
B 2 2 F 1/02	D			

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願平4-178778	(71) 出願人	000113355 ホソカワミクロン株式会社 大阪府大阪市中央区瓦町 2 丁目 5 番14号
(22) 出願日	平成 4 年 (1992) 5 月 25 日	(72) 発明者	丹野 浩一 宮城県仙台市石垣町 9 番地
		(72) 発明者	内藤 牧男 大阪府茨木市鮎川 4 丁目 25 番 16 号 ベルハ イツ105号

(54) 【発明の名称】 複合粒子の製造方法、及びその方法により得られた複合粒子

(57) 【要約】

【目的】 粉末冶金の原料として、硬度・耐摩耗性・曲げ強度に優れた焼結品を造るための改良された複合粒子を得る。

【構成】 攪拌容器内において、核となる金属粉末とセラミックスの微粉末に鱗片状の金属粉末を加えて強力な圧縮力を付与させた状態で攪拌混合させることによって、金属粒子の表面に金属とセラミックスの成分が微粒子状に均一に分散した被覆層を有する複合粒子が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒径1～1000 μ mの金属粉末にセラミックスの微粉末と鱗片状の金属粉末を加え、強力な圧縮力を付与させた状態で摩砕混合させ、鱗片状の金属粉末を微粉末化させ、前記金属粉末粒子を核として該表面に金属微粉末とセラミックスの微粉末との混合物による被覆層を形成させることを特徴とする複合粒子の製造方法。

【請求項2】 前記セラミックスの微粉末は10 μ m以下、鱗片状の金属粉末は100 μ m以下である請求項1記載の複合粒子の製造方法。

【請求項3】 前記金属粉末はステンレススチール、セラミックス微粉末は窒化珪素又はジルコニア、鱗片状の金属粉末はステンレススチールである請求項1又は2記載の複合粒子の製造方法。

【請求項4】 粒径1～1000 μ mの金属粉末にセラミックスの微粉末と鱗片状の金属粉末を加え、強力な圧縮力を付与させた状態で摩砕混合させることにより、金属粉末粒子の表面に金属微粉末とセラミックスの微粉末が微粒子状に均一分散し、かつ固着していることを特徴とする複合粒子。

【請求項5】 前記複合粒子は粒径1～1000 μ mのステンレス粉末と、粒径10 μ m以下の窒化珪素又はジルコニアの微粉末と、粒径100 μ m以下の鱗片状のステンレス粉末とからなる請求項4記載の複合粒子。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】本発明は、粉末冶金などの原料として使用される金属とセラミックスとの複合粒子に関するものである。

【従来技術】従来、粉末冶金の原料は金属粉末とセラミックスの粉末をボールミルや乳鉢を使って摩砕混合していた。また、最近ではこれらを複合粒子化して使用することも多くなった。例えば、図2に示す装置を使って原料に強力な圧縮力を付与した状態で攪拌混合させると、一方の粒子の表面に他方の粒子が固着結合し、その表面を被覆して複合化された粒子ができる。図7は、同装置によって製造された複合粒子の概要を示す。(A)はセラミックス粉末の粒子径が金属粉末と同程度、あるいは金属粉末より大きい場合で、セラミックス粒子Cの表面に金属粉末が展延されて金属の被覆層mを形成する。

(B)はセラミックスが微粉末で金属粉末の粒子径が比較的大きい場合で、セラミックスの粉末cは金属粒子aの表面に固着してセラミックスの被覆層nを形成する。

【発明が解決しようとする課題】ところで、上記方法により製造された複合粒子のうち、(A)のものはセラミックスの粉末粒子を核とするため、セラミックス粉末としては比較的粗いものを使用することになり、結果として焼結体の成分に占めるセラミックスの割合が多くなって硬度は十分でも靱性面で脆いものになる。また、

(B)の複合粒子を使った焼結体は、ボールミルや乳鉢

などで混合処理した原料を使ったものに比べると、硬度・耐摩耗性において優れるものの、曲げ強度では劣る結果となった。その原因として、粉末粒子の複合化によって核となる金属粉末粒子の表面をセラミックスの微粉末が完全に覆ってしまうため、焼結時には金属粒子間の粒界がセラミックスで占有され、粒界破壊を起こし易いことが判った。これを改善するためには、①一旦できた複合粒子のセラミックスの被覆層の上に新たに金属又は金属粉末の被覆層を形成させる方法と、②複合粒子を造る段階でセラミックスの被覆層中に金属の微粉末を微細に分散させる方法とがある。①の方法は、複合粒子に別の塑性変形しやすい金属粉末を加えて前記と同様に摩砕混合すれば容易に行える。しかし、金属粉末はセラミックスの被覆層上に展延されるだけで被覆層内に分散されることはないため、こうしてできた複合粒子では焼結体として緻密で安定した組織は得られ難く、硬度・靱性・耐摩耗性において十分なものは造れなかった。本発明は、②の方法である核となる金属粒子の表面にセラミックスの微粉末と金属の微粉末とが均一に散在された複合粒子を得ることにある。

【課題を解決するための手段】先ず、発明者は、核となる金属粉末とセラミックスの微粉末の他に、同種の金属の微粉末を加えて摩砕混合したところ、金属微粉末は早期に核粒子の表面に付着し、セラミックスの微粉末が固着する前に圧縮摩擦により展延され固着されてしまうため、セラミックスの微粉末は表面部分に偏って集中し、あたかもセラミックスだけで被覆されたかのようになり、金属粉末とセラミックスの粉末とが共に散在する被覆層を得ることはできなかった。そこで、更に研究実験した結果、核となる金属粉末に金属微粉末が非常に付着し易いこと、更に付着したものは圧縮摩擦の作用を付加されると核粒子の表面に容易に固着結合してしまうことが判った。そして、所望の被覆層を得るためには金属微粉末の核粒子への付着及び固着を適度に抑制することが不可欠であり、これを抑制することによって所望の複合化が実現可能であることを見出した。本発明は、金属微粉末に変えて鱗片状の金属粉末を使用し、これを核となる金属粉末及びセラミックス微粉末と共に、強力な圧縮力を付与した状態で攪拌混合させることによって、金属粉末とセラミックス粉末とが粒子単位で散在する被覆層を有する複合粒子を造り出すことにあり、その作用は次のとおりである。

【作用】つまり、核となる金属粉末と鱗片状の金属粉末とを攪拌容器内に入れ、これら金属粉末に強力な圧縮力を伴う摩砕混合作用を付与しても、金属微粉末を入れた時のようには鱗片状の金属粉末は核となる金属粉末粒子に容易に付着せず、また後も剥離するなど、固着して結合するまでには到らなかった。次に、図1により複合粒子化されるまでの経過を説明する。(A)は、運転開始初期における状態で、核となる金属粉末粒子a(以下、

核粒子aという)と鱗片状の金属粉末bにセラミックスの微粉末cを加えて摩砕混合させると、セラミックスの微粉末cは核粒子aの表面に付着し、鱗片状の金属粉末bにも一部付着している。(B)は、摩砕混合が幾分進んだ段階で、核粒子aの表面に着いたセラミックスの微粉末cが剥離し、鱗片状の金属粉末bに次第に多く固着するようになる。これは原料の粉粒体に強い圧縮力を付与させた状態で攪拌混合させると、粉粒体間に強い擦れ合いが起こり、粉粒体同士の間で結合作用が発生するというメカノケミカル作用によるもので、核粒子aと鱗片状の金属粉末bとの間で強い擦れ合いが起こり、核粒子aの表面に着いていたセラミックスの微粉末cが鱗片状の金属粉末b側に転移し固着されるためである。(C)は、前記(B)が更に進んだ段階で、鱗片状の金属粉末bに着いたセラミックスの微粉末cが鱗片状の金属粉末bを抱き込んだ形で凝集し合って凝集体eを形成する。

(D)は、前記(C)で形成された凝集体eの内部において鱗片状金属粉末bが次第に微細に粉碎されて行く段階を示すもので、強力な圧縮力を伴う摩砕混合の過程で凝集体eは押し潰され、擦れ合わされ、更に加えて核粒子aが凝集体eに対して粉碎媒体として作用し、効果的に凝集体e内部の鱗片状の金属粉末bを微粉碎し、微細化させて金属微粉末dにする。また、その過程で凝集体e内部において、セラミックスの微粉末cと金属微粉末dとは略均一に分散される。(E)は、前記(D)の状態から更に摩砕混合を続行した段階で、鱗片状から微細化された金属微粉末dとセラミックスの微粉末cとの凝集体eは核粒子aに付着し、その表面に金属微粉末dとセラミックスの微粉末cとが均一に散在する被覆層fを有する複合粒子pができる。なお、上述の(A)～(E)の段階における状態は、わかり易く説明するため各段階毎に分けて述べたが、これらの状態は明確に分けられるものではなく、複数の段階が平行して逐次行われるものである。また、上述の処理は酸化など成分の変質を避けるため、真空容器内あるいは不活性ガスの雰囲気中で行われるものである。

【実施例】次に、実施例について説明する。図2及び図3は、本発明の複合粒子を製造するための摩砕混合装置である。機台1に取付られた縦向き回転軸2の上端に、処理室3を形成する有底筒状ケーシング4を同芯状に取付け、電動モータ5a及び変速機5b等からなる駆動装置5を回転軸2の下端に連動させ、ケーシング4をその内部の被処理材が遠心力によりケーシング内周面4aに押付けられるように高速駆動回転すべく構成し、かつ、被処理材の性状に応じて適切な遠心力が得られるようにケーシング4の回転速度を調整可能に構成してある。ケーシング4を気密ハウジング6内に設け、気密ハウジング6に真空ポンプ7を接続し、縦向き回転軸2と気密ハウジング6の間を、磁性流体シール等の回転軸2の回転を許容する公知気密手段10によって閉塞し、ケーシ

ング4内に被処理材を供給する経路11aを形成するために気密ハウジング6に対して気密状に貫通固定したパイプ11に被処理材供給用フイダ12a、12b、12cを、気密維持可能に形成したロータリーフイダ13を介して接続してある。つまり、真空ポンプ7の作用でケーシング4内を、例えば30 Torr \sim 1/1000 Torr、望ましくは5/10000 Torr程度の真空状態に維持し、真空状態での粉体処理、脱ガスを伴う粉体処理を実行できるように構成してある。気密ハウジング6を一部が左右に分割して取外せるように分割構造に形成し、ケーシング4において蓋部分4cを分割して取外せるように分割構造に形成すると共に、ケーシング4本体に4bに着脱自在にボルト連結し、気密ハウジング6の一部と蓋部分4cを取外した状態でケーシング4内からの処理物回収を実行できるようにしてある。気密ハウジング6の周囲にジャケット14を具備させ、タンク15からの加熱又は冷却用の媒体をジャケット14に通すように構成してある。回転軸2に対して貫通させた回転自在な支軸8aの上端部に支持体8bを取付け、ケーシング4内の支持体8bに形成した円錐状部分8cをパイプ11と同芯状に配置し、ケーシング内周面4aとの協働で被処理材を圧縮し剪断する摩砕片9a、及び被処理材を攪拌混合する掻取り片9bを、ケーシング4の回転方向に適当な間隔で並べた状態で支持体8bの先端に取付けて処理室3内に配置してある。摩砕片9aに、ケーシング4との隙間がケーシング4の回転方向側ほど狭くなるように形成した傾斜面を持たせ、また、掻取り片9bを、ケーシング4との隙間がケーシング4の回転方向側ほど広くなり、かつ、その作用面が次第に幅広となるような楔状又は櫛歯状に形成し、ケーシング4と摩砕片9a及び掻取り片9bとを相対させて、摩砕片9aによる圧縮・剪断と、掻取り片9bによる攪拌混合がケーシング内周面4aに押付けられた被処理材に対して行われるように構成してある。支軸8a内に支持体8b、摩砕片9a、掻取り片9bに加熱あるいは冷却用媒体を流入させる通路16を形成し、ロータリージョイント17により通路16を媒体貯蔵タンク15に接続してある。要するに、ケーシング4を高速駆動回転させて、被処理材をケーシング内周面4aに遠心力で押付け、その押付けで形成した被処理材層に、ケーシング4に対して相対回転する摩砕片9aと掻取り片9bを作用させ、被処理材を摩砕片9aで圧縮・剪断すると共に掻取り片9bで攪拌混合し、十分に微細になると共に均一に混合された微粉碎処理物を得られるように構成してあり、また、真空ポンプ7の作用でケーシング4内を真空状態に維持できるように構成してある。

【実験例】前記装置を使用し、まず平均粒径5 \sim 35 μ mのステンレス(SUS316)粉末と、平均粒径0.3 μ mの窒化珪素(Si3N4)の微粉末とを摩砕混合処理する。運転開始約10分後に、ステンレス粉末粒子

の表面を調べると、ステンレス粒子の表面に窒化珪素の微粉末が付着し、複合化が確認された。次に、これに平均粒径 $15\mu\text{m}$ の鱗片状の金属粉末(SUS316)を添加し、摩砕混合処理を行った。約10分経過後からステンレス粒子表面を被覆していた窒化珪素が剥離し始め、代わって鱗片状の金属粉末の周囲に付着していた。そして、約30分経過後、鱗片状の金属粉末を含んだ窒化珪素の凝集体が、より大きな凝集体へと成長しているのが観察された。また、1時間経過後には、窒化珪素の凝集体内の鱗片状の金属粉末は微細化されていた。そして、更に摩砕混合処理を継続した約1.5時間経過後、凝集体は観察されず、代わってステンレス粒子の表面にステンレスとセラミックスの微粉末が均一に散在する被覆膜が形成されているのが確認された。なお、このようにしてできた複合粒子の被覆層の厚さは約 $3\sim 4\mu\text{m}$ であった。次に、この複合粒子を使用して焼結品を造り、硬度・耐摩耗性・曲げ強度について試験した結果、同様の装置で造った従来の複合粒子に比べ、硬度・耐摩耗性は同程度ながら、曲げ強度では従来の値を十分に上回る結果を得た。また、比較のため、複合化しないで原料粉末を混合して造った焼結品の硬度・耐摩耗性・曲げ強度を調べた結果、何れも本実施例の複合粒子で造った焼結品によりも低い値であり、本発明の複合粒子を使用した方が良好な焼成品が得られることが判った。

【別実施例】摩砕混合装置は、処理室内を真空化するための手段として、図3ないし図6にその構造の態様を示す。図4では、ケーシング4に蓋部分4cを気密状に取付け、ケーシング4内に被処理材を供給するためのパイプ11と蓋部分4cの間を、磁性流体シール等のケーシング4の回転を許容する公知の気密接続手段21により閉塞し、パイプ11に気密状に貫通させた接続具22に真空ポンプ7を接続し、回転軸2と支軸8aの間を、それらの相対回転を許容する磁性流体シール等の公知の気密手段23で閉塞してある。つまり、ケーシング4の内部を気密状にして、真空ポンプ7によりケーシング4内を真空状態にできるように構成している。また、ハウジング6に空気導入口18と排気口19を形成して、排気口19に接続した排風機20によりケーシング4の周部に加熱又は冷却のための空気を供給できるように構成してある。次に、図5では、パイプ11に貫通させた接続具22に代えて、気密開閉弁24付の接続部25を蓋部分4cに設け、真空ポンプ7に接続した吸気管26を、ハウジング6の蓋体6aを開いた状態で接続部25に対して接続分離自在に設けてある。つまり、粉体処理の前に、被処理材を収容するケーシング4内を、接続部25に連通する真空ポンプ7で真空状態にし、気密開閉弁24を閉じて、接続部25から吸気管26を分離し、ハウジング6に蓋体6aを取付け、その後で粉体処理を真空下で実行するように構成してある。また、図6では、パイプ11に貫通させた接続具22を無くし、ロータリー

ジョイント17に代えて、支軸8aの回転を許容する磁性流体シール等の公知の気密接続手段27を設け、タンク15に接続した配管28a、28b及び真空ポンプ7に接続した吸気管29を気密接続手段30により支軸8a内の通路16に接続し、支持体8bに形成した吸気路31をケーシング4内と通路16に連通させ、吸気路31の入口をネジ32で密閉させるように構成してある。つまり、配管28a、28bのバルブ33a、33bを閉じ、吸気管29のバルブ34を開き、吸気路31の入口を開くことによって、粉体処理を真空下で実行できるように構成してある。また、配管28a、28bのバルブ33a、33bを開き、吸気管29のバルブ34を閉じ、吸気路31の入口をネジ32で密閉することによって、ケーシング4内を加熱又は冷却できるように構成してある。また、これら摩砕混合処理の具体構成は適当に変更でき、例えば以下の(イ)～(ニ)の形式が可能である。

(イ) ケーシング4の回転軸芯を横向きにしたり、傾斜させる。

(ロ) 摩砕片9aや掻取り片9bをケーシング4側へ接触しない範囲で流体圧やスプリングで付勢する。

(ハ) 摩砕片9aと掻取り片9bは、形状、材質、設置数などを適当に変更でき、また固定してもよい。

(ニ) 気密ハウジング6の内部に被処理材供給用フィーダ12a、12b、12cを設けて、ロータリーフィーダ13を省略したり、粉体処理装置全体を気密ハウジング6の内部に設けて、磁性流体シール等の気密手段10を省略してもよい。その場合、モータ等の発熱部からの熱を気密ハウジング6の外に運搬させる冷却手段を設けることが望ましい。

なお、これら装置の構造や操作条件は、原料の種類、粒径などにより、その都度調節又は設計変更される。また、複合粒子化できる金属粉末及びセラミックス粉末の種類は不問であり、例えば金属やセラミックスの粉粒体の一種又は複数種から成るものなども対象にできる。

【発明の効果】本発明の方法によって、金属粒子の表面に金属とセラミックスの微粒子が均一に分散した被覆層を持つ複合粒子が得られる。そして、この複合粒子を使用することによって硬度・耐摩耗性・曲げ強度に優れた焼結品を造ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の複合粒子のできる過程の概要と、複合粒子の構造を示す説明図である。

【図2】 本実施例に使用する処理装置の要部断面図である。

【図3】 図2のII-II断面視図である。

【図4】 本実施例に使用する別の処理装置の要部断面図である。

【図5】 本実施例に使用する別の処理装置の要部断面図である。

【図6】 本実施例に使用する別の処理装置の要部断面図である。

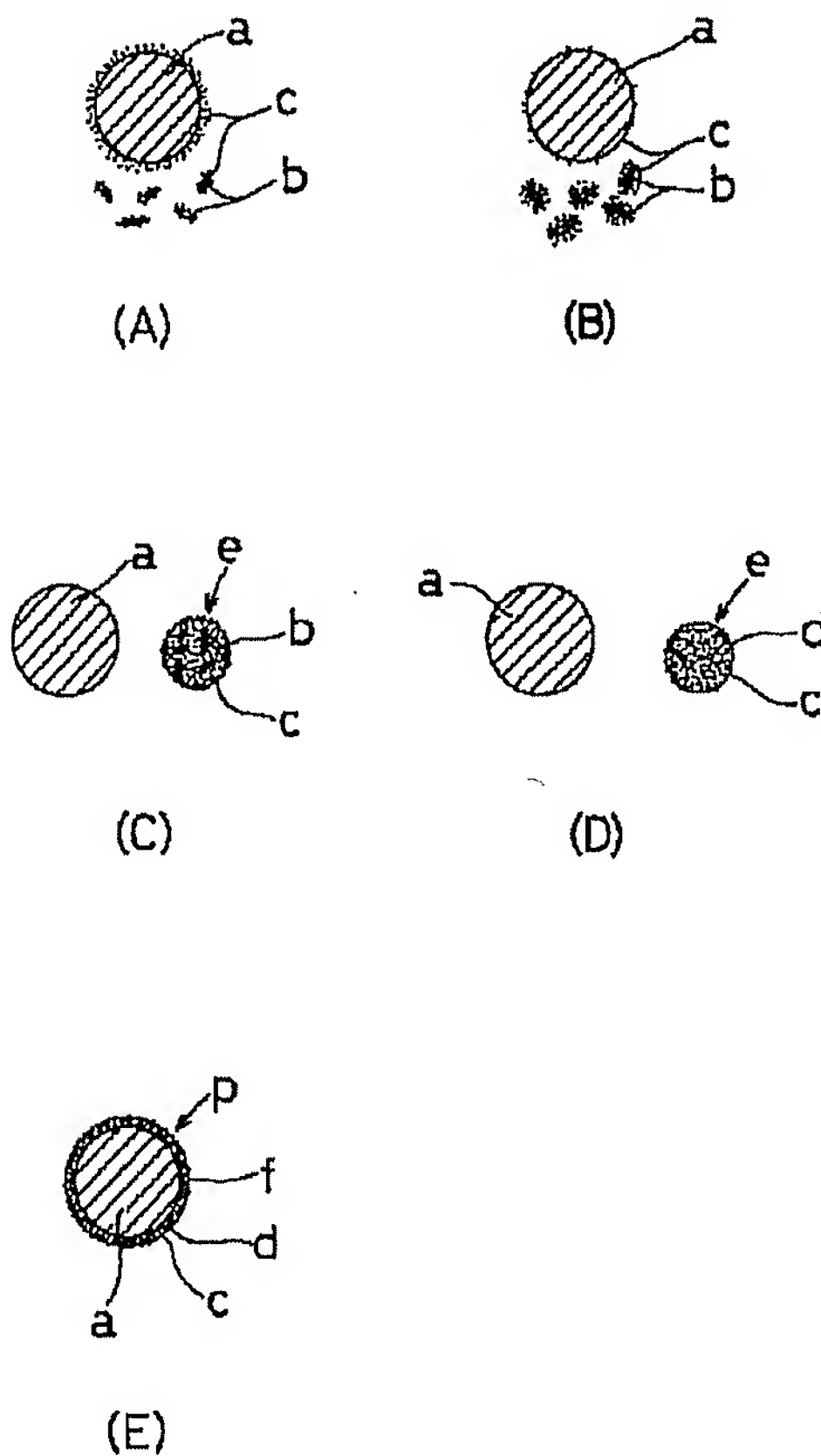
【図7】 従来の複合粒子の構造の概要を示す。

【符号の説明】

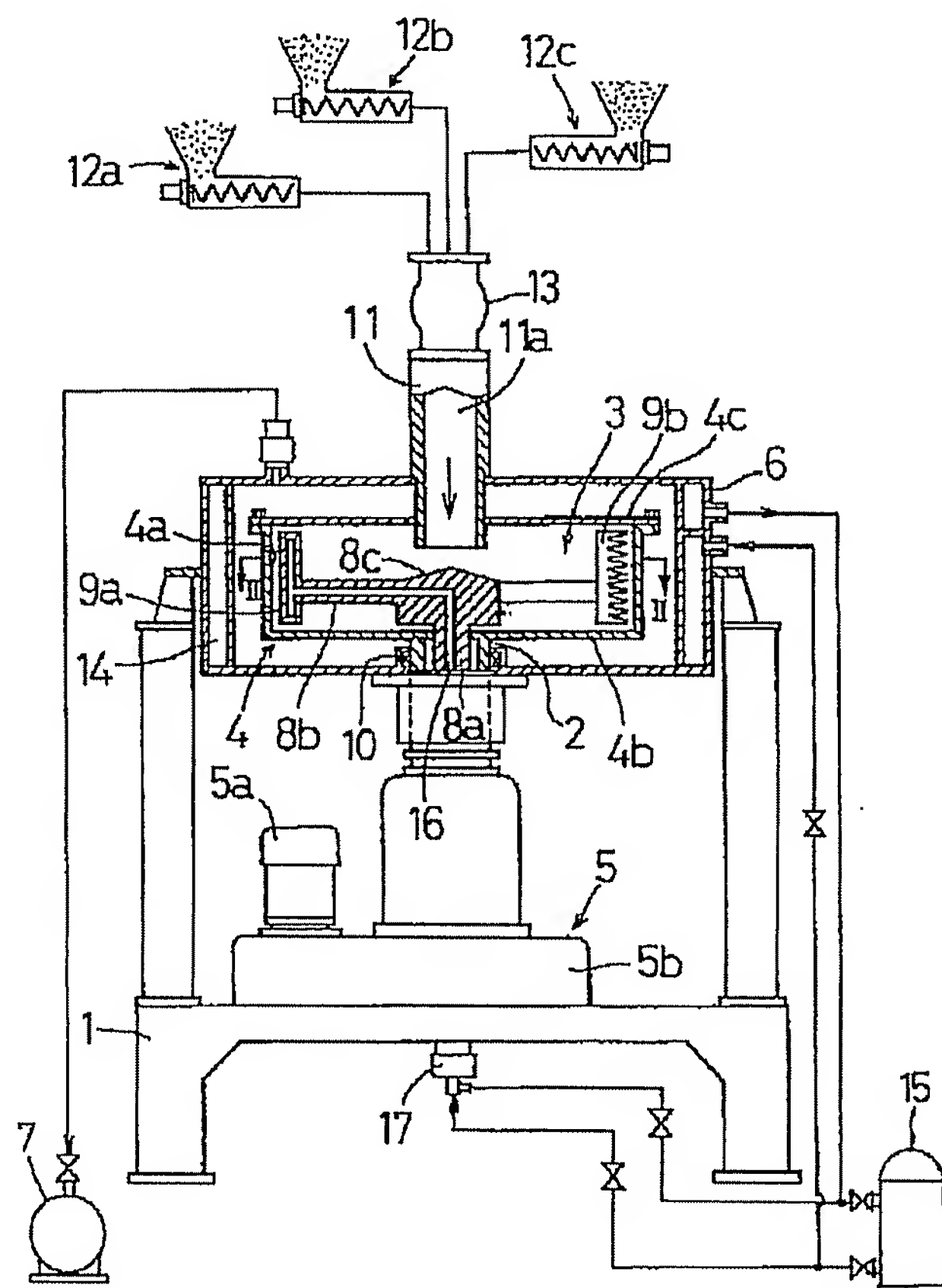
- a 金属粉末粒子（核粒子）
- b 鱗片状金属粉末
- c セラミックス微粉末
- d 金属微粉末
- e 凝集体
- f 被覆層
- m 金属被覆層
- n セラミックス被覆層
- p 複合粒子

- 3 処理室
- 4 ケーシング
- 4 a ケーシング内周面
- 4 c 蓋部分
- 5 駆動装置
- 6 気密ハウジング
- 7 真空ポンプ
- 9 a 摩砕片
- 9 b 掻取り片
- 10 21 気密接続手段
- 30 気密接続手段
- 24 気密開閉弁
- 25 接続部

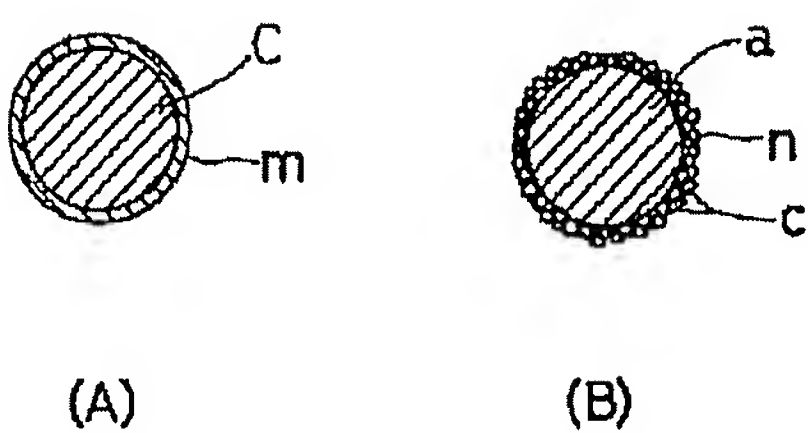
【図1】



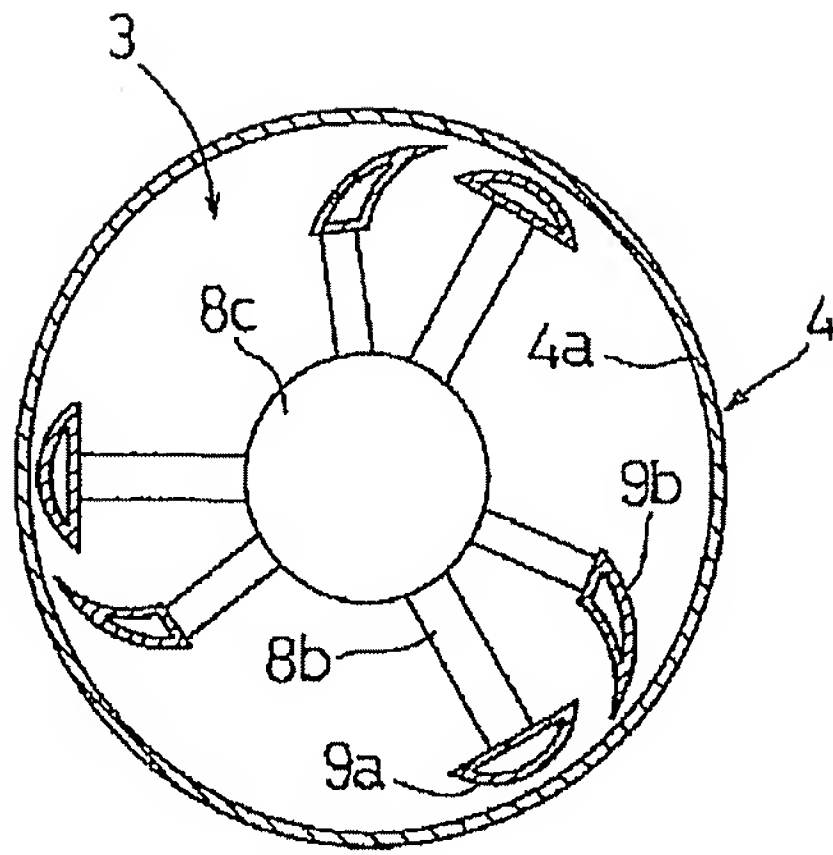
【図2】



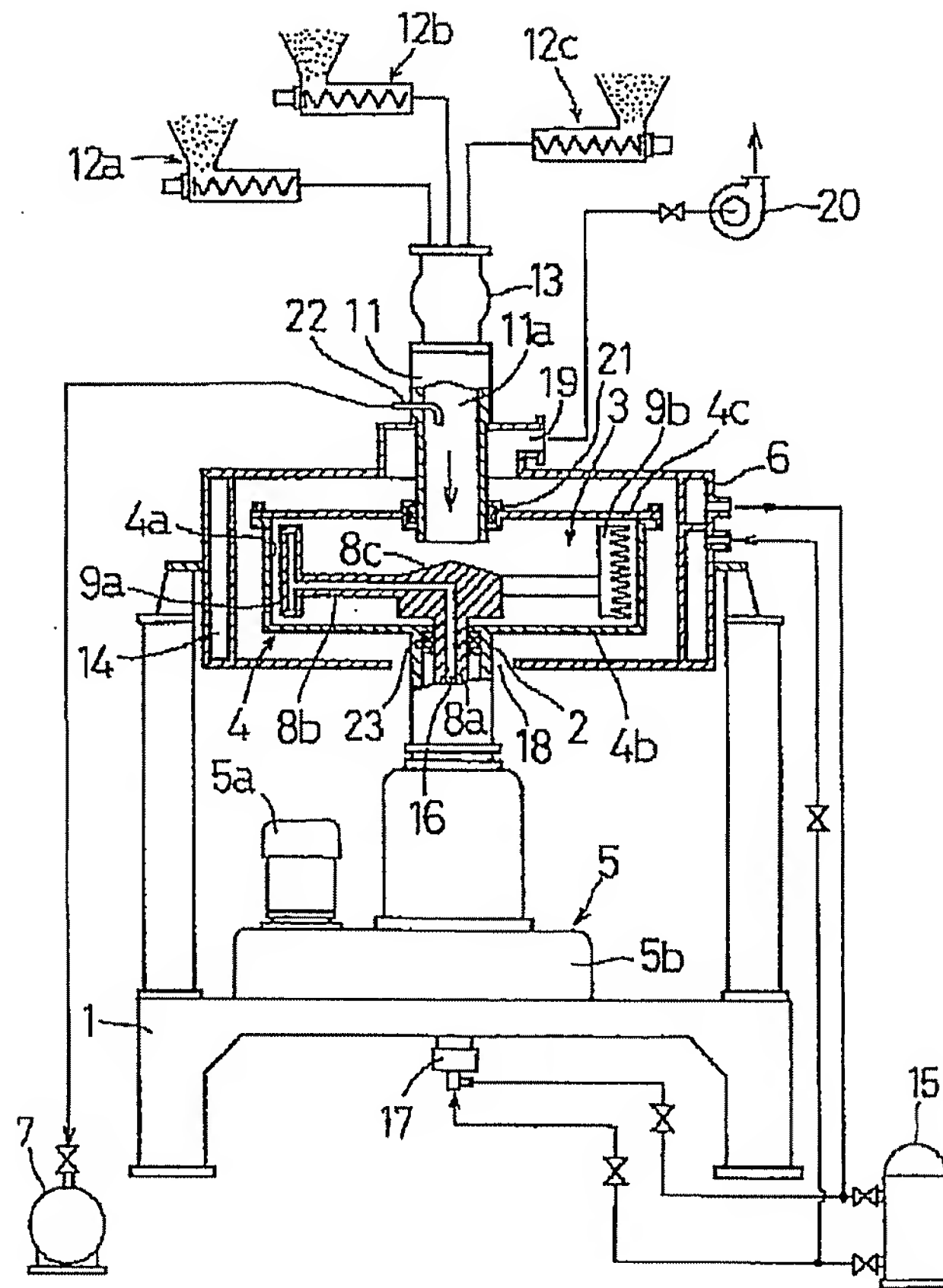
【図7】



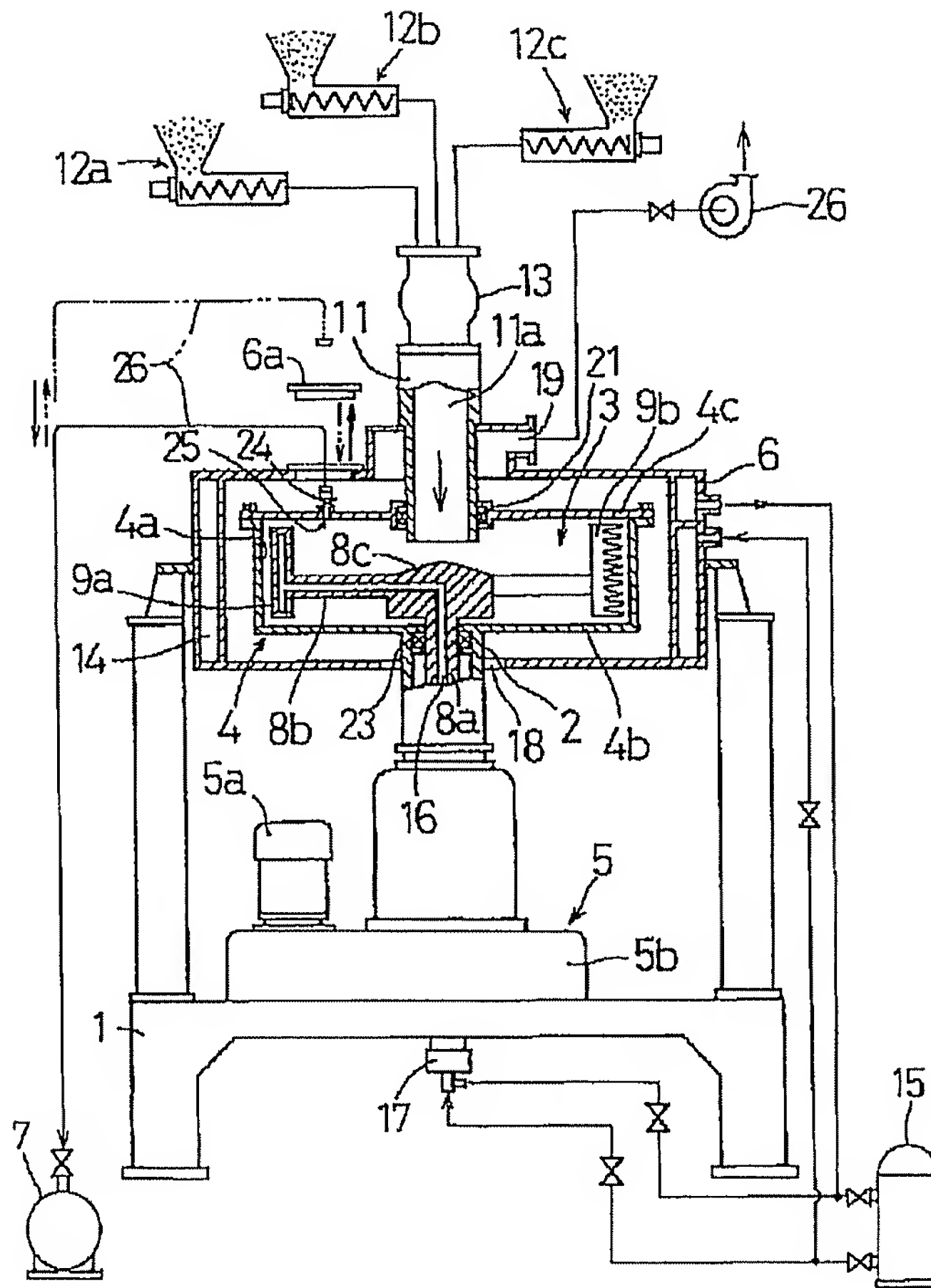
【図3】



【図4】



【図5】



【図6】

